



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 365 613**

51 Int. Cl.:
B32B 27/20 (2006.01)
G02B 1/10 (2006.01)
G02B 5/23 (2006.01)
G02C 7/10 (2006.01)
C09K 9/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04718743 .0**
96 Fecha de presentación : **09.03.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1612042**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **04.01.2006**

54 Título: **Cuerpo multicapa fotocromico y método para su fabricación.**

30 Prioridad: **10.03.2003 JP 2003-62756**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
07.10.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
07.10.2011

73 Titular/es: **TOKUYAMA CORPORATION**
1-1 Mikage-cho
Shunan-shi, Yamaguchi-ken 745-8648, JP

72 Inventor/es: **Izumi, Shinobu y**
Momoda, Junji

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 365 613 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Cuerpo multicapa fotocromico y método para su fabricación

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a un producto fotocromico, en forma de lámina, obtenido formando un revestimiento fotocromico sobre la superficie de un material base, como por ejemplo una lente de plástico.

Técnica básica

10 Unas gafas fotocromicas son aquellas que operan como unas gafas de sol que se colorean rápidamente cuando se usan al aire libre, donde está incidiendo luz que contiene rayos ultravioleta, como por ejemplo la luz solar, y que operan como unas gafas transparentes ordinarias con su desvanecimiento de color cuando se usan en interiores donde no está incidiendo semejante luz, y que en los últimos años están en creciente demanda.

15 Como métodos para producir lentes fotocromicas de plástico, se ha conocido un método de impregnación, un método de revestimiento y un método en masa. El método de impregnación consiste en impregnar las superficies de la lente de plástico con un compuesto fotocromico. El método de revestimiento consiste aplicar sobre las superficies de la lente de plástico, una capa de resina (revestimiento fotocromico), que contiene un compuesto fotocromico, y el método en masa consiste en obtener directamente una lente fotocromica disolviendo un compuesto fotocromico en un monómero y polimerizar el monómero en este estado. Entre estos métodos, el método de revestimiento tiene la ventaja de que, en principio, es capaz de impartir fácilmente propiedades fotocromicas a cualquier material base (lente) comparado con los otros dos métodos. Por ejemplo, en el método de impregnación, la lente, que es el material base, debe ser lo suficientemente blanda para hacer posible que el compuesto fotocromico se difunda con facilidad. En el método en masa, es necesario usar una composición monomérica especial para expresar buenas propiedades fotocromicas. En el método de revestimiento, sin embargo, no hay esta limitación sobre el material base. Hasta ahora se conocían los siguientes métodos (i) a (iv) de revestimiento. Las composiciones de resina curables que contienen compuestos fotocromicos, usadas como composiciones de revestimiento en los siguientes métodos, se denominarán de ahora en adelante "agentes de revestimiento fotocromico".

30 (i) Un método en el que se aplica a las superficies de una lente un agente de revestimiento fotocromico, preparado disolviendo un compuesto fotocromico en un oligómero de uretano, y se cura (véase el folleto de la publicación internacional N° 98/37115, abierta a inspección pública).

35 (ii) Un método en el que se aplica a las superficies de la lente un agente de revestimiento fotocromico, preparado disolviendo un compuesto fotocromico en una composición monomérica polimerizable de una combinación de monómeros monofuncionales, bifuncionales y polifuncionales radicalmente polimerizables, y se cura (Patente de EE.UU. N° 5914174).

40 (iii) Un método en el que se aplica a las superficies de una lente un agente de revestimiento fotocromico, preparado disolviendo un compuesto fotocromico en una composición monomérica de una combinación de dos o más clases de únicamente monómeros (met)acrílicos bifuncionales, y se cura (véase el folleto de la publicación internacional N° 01/02449, abierta a inspección pública).

45 (iv) Un método en el que se aplica sobre las superficies de una lente un agente de revestimiento fotocromico que comprende N-alcoximetil(met)acrilamida, un catalizador (preferiblemente un catalizador ácido) y un compuesto fotocromico, y se cura térmicamente (véase el folleto de la publicación internacional N° 00/36047, abierta a inspección pública).

50 Estos agentes de revestimiento fotocromico, normalmente, contienen un disolvente orgánico o un monómero (met)acrílico, y se puede aplicar a materiales de resina tridimensionalmente reticulada que tienen una resistencia relativamente fuerte contra el disolvente orgánico. Sin embargo, cuando se aplica a los materiales de resinas termoplásticas (como por ejemplo materiales de policarbonato) sin reticulación tridimensional, los anteriores agentes de revestimiento fotocromico originan un problema al perjudicar las propiedades ópticas de los materiales base. A saber, la aplicación de los anteriores agentes de revestimiento fotocromico origina que el material base de resina termoplástica se blanquee, se hinche o se disuelva parcialmente, deteriorando el estado de la superficie del material base.

60 Con el fin de resolver el anterior problema, se puede lograr formar una capa de protección (por ejemplo, un revestimiento duro, de tipo silicio, termoendurecible, que contenga partículas inorgánicas) sobre las superficies del material base de resina termoplástica, lo que no perjudicará a las propiedades ópticas del material base ni a la aplicación del agente de revestimiento fotocromico sobre la superficie de la capa de protección. En este caso, se puede evitar una reducción de las propiedades ópticas. Sin embargo, la adherencia es baja entre la capa de protección y el revestimiento fotocromico formado aplicando el agente de revestimiento fotocromico, y la durabilidad no es satisfactoria.

El documento WO98/30923 A describe un elemento óptico que comprende un sustrato, un revestimiento transparente que contiene un material fotocromico, una red inorgánica de un óxido de silicio y un polímero orgánico que está unido químicamente a la red inorgánica a través de enlaces Si-C.

5 Descripción de la invención

Es, por lo tanto, un objeto de la presente invención proporcionar un producto fotocromico, en forma de lámina, que tenga propiedades ópticas favorables, propiedades fotocromicas y durabilidad, mediante la formación de un revestimiento fotocromico que tenga buena adherencia sobre el material base de una resina termoplástica que tenga transparencia, como por ejemplo una lente de plástico, y un método para producirlo.

Según la presente invención, se proporciona aquí un producto fotocromico, en forma de lámina, que comprende un material base de una resina termoplástica que tiene la propiedad de transmitir la luz, cuya resina termoplástica es un policarbonato, una capa de resina reticulada formada sobre las superficies del material base y que contiene partículas coloidales inorgánicas en una cantidad de 20 a 40% en masa, y un revestimiento fotocromico formado sobre las superficies de la capa de resina reticulada.

En el producto fotocromico, en forma de lámina, de la presente invención, se desea que:

(1) Cuando se sumerja el producto en forma de lámina en agua hirviendo a 100°C durante 1 hora y, después de esto se mantenga en una atmósfera de 20°C durante 30 minutos, la resistencia al despegue entre el revestimiento fotocromico y la capa de resina reticulada no sea inferior a 95/100, según se calcula mediante un ensayo de adherencia-teselado usando una cinta (JIS D 0202-1988); y

(2) El material base es una lente.

Según la presente invención, se proporciona un método para producir un producto fotocromico en forma de lámina que comprende las etapas de:

preparar una composición de imprimación curable, del tipo sin disolvente, que contiene partículas coloidales inorgánicas que tienen un grupo radicalmente polimerizable introducido sobre sus superficies en una cantidad de 20 a 40% en masa, calculada como un óxido metálico inorgánico y que contiene, además, un monómero polifuncional radicalmente polimerizable;

formar un revestimiento de imprimación sobre las superficies de un material base de una resina termoplástica que tiene la propiedad de transmitir la luz, cuya resina termoplástica es un policarbonato, aplicando sobre ella una composición de imprimación curable;

semicurar el revestimiento de imprimación;

aplicar una composición fotocromica polimerizable que contiene un compuesto fotocromico y un monómero radicalmente polimerizable sobre el revestimiento de imprimación en el estado semicurado; y

formar un revestimiento fotocromico sobre las superficies del material base a través de una capa de resina reticulada, curando completamente el revestimiento de imprimación en el estado semicurado y polimerizar la composición fotocromica polimerizable.

En el método de producción de la presente invención se desea que:

(1) La superficie del revestimiento de imprimación en el estado semicurado sea, a medida que se requiere, sometida a un tratamiento superficial para introducir grupos activos o al tratamiento de decapado físico antes de aplicar sobre ella la composición fotocromica polimerizable; y

(2) La imprimación curable contenga un oligómero de uretano en una cantidad de 5 a 60% en masa.

El producto fotocromico, en forma de lámina, de la presente invención tiene un revestimiento fotocromico sobre él mediante una capa de resina reticulada que contiene partículas coloidales inorgánicas en una cantidad concreta. A pesar de ser producido mediante el método de revestimiento, el producto fotocromico, en forma de lámina, de la presente invención exhibe, por lo tanto, la favorable propiedad fotocromica sin perder las propiedades ópticas del material base de resina termoplástica.

En el método de producción de la presente invención, además, se forma una capa de resina reticulada sobre las superficies del material base de resina termoplástica usando una composición de imprimación curable que contiene partículas coloidales inorgánicas que tienen un grupo radicalmente polimerizable introducido sobre sus superficies en una cantidad predeterminada, pero sin contener disolvente orgánico, haciendo posible evitar de forma eficaz una reducción de las propiedades ópticas del material base de resina termoplástica. Además, la composición fotocromica polimerizable (de aquí en adelante denominada, con frecuencia, simplemente como composición fotocromica) se aplica en un estado en el que la composición de imprimación curable está en un estado semicurado, haciendo posible de ese modo curar completamente la composición de imprimación curable, y polimerizar la composición fotocromica en un determinado momento, para formar el revestimiento fotocromico manteniendo una buena adherencia. Es decir, cuando el producto fotocromico, en forma de lámina, de la presente invención, obtenido mediante el anterior método de producción, se sumerge en agua hirviendo a 100°C durante 1 hora y se mantiene, de ahí en adelante, en una atmósfera de 20°C durante 30 minutos, la resistencia al despegue entre el revestimiento fotocromico y la capa de resina reticulada no es inferior a 95/100 y, en particular, no es inferior a 98/100 según se calcula mediante un

ensayo de adherencia–teselado usando una cinta (JIS D 0202-1988), exhibiendo el revestimiento fotocromico una alta adherencia y excelente durabilidad.

5 La resistencia al despegue calculada dependiendo del ensayo de adherencia-teselado, está representada por el número de cuadrados que no se desprenden mediante la cinta adhesiva entre 100 cuadrados grabados sobre la superficie del producto en forma de lámina. La resistencia al despegue de 95/100 indica que 95 cuadrados se mantienen sin ser despegados.

10 El producto fotocromico, en forma de lámina, de la presente invención es muy útil, por ejemplo, como lentes de gafas fotocromicas y, en particular, como lentes de gafas fotocromicas en las que el material base de la lente es un policarbonato.

Mejor modo de llevar a cabo al invención

15 Si se describe brevemente, el producto fotocromico, en forma de lámina, de la presente invención se produce preparando una composición de imprimación curable para formar una capa de resina reticulada (etapa de preparación de una imprimación curable), formando un revestimiento de imprimación de una composición de imprimación curable sobre las superficies del material base, hecho de una resina termoplástica que transmite la luz (etapa de formación de un revestimiento de imprimación), semicurando el revestimiento de imprimación (etapa de semicurado), aplicando una composición fotocromica sobre el revestimiento de imprimación semicurado (etapa de aplicación del agente fotocromico), y efectuando el curado final (etapa de curado final). Estas etapas se describirán ahora de forma sucesiva.

Etapa de preparación de una imprimación curable

25 Se prepara una composición de imprimación curable, que es del tipo sin disolvente, y que se usa para formar una capa de resina reticulada, sin usar en absoluto un disolvente orgánico. Usando la composición de imprimación curable sin contener disolvente orgánico, se permite evitar el deterioro de las superficies del material base de resina termoplástica y se impide una disminución de las propiedades ópticas.

30 (A) Monómeros polifuncionales radicalmente polimerizables:

La imprimación curable incluye un monómero polifuncional radicalmente polimerizable que sea bifuncional, trifuncional o con funcionalidad más alta. Como monómero polifuncional radicalmente polimerizable, se puede usar preferiblemente aquí, un éster polifuncional del ácido (met)acrílico representado, por ejemplo, por la siguiente fórmula:



en la que R es un residuo orgánico que tiene una valencia n, R' es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, y n es un número entero de 2 a 4.

40 Ejemplos preferidos del grupo R incluyen grupos hidrocarbonados alifáticos que tienen una valencia n, y grupos hidrocarbonados aromáticos que tienen 6 a 10 átomos de carbono que tienen una valencia n. Estos grupos hidrocarbonados pueden tener sustituyentes tales como un átomo de halógeno, un grupo hidroxilo, un grupo carbonilo y un grupo aciloxilo. Ejemplos concretos de (met)acrilatos polifuncionales incluyen los siguientes compuestos. A saber, trimetacrilato de trimetilopropano, triacrilato de trimetilopropano, trimetacrilato de tetrametilmetano, triacrilato de tetrametilmetano, triacrilato de trimetilmetano-trietilenglicol, tetrametacrilato de pentaeritritol, hexaacrilato de dipentaeritritol, tetraacrilato de oligómero de uretano, hexaacrilato de oligómero de uretano, hexaacrilato de oligómero de poliéster, dimetacrilato de dietilenglicol, dimetacrilato de trietilenglicol, dimetacrilato de tetraetilenglicol, dimetacrilato de bisfenol A, 2,2-bis(4-metacriloxietoxifenil)propano, di(met)acrilato de hexanodiol, y 2,2-bis(4-acriloxipoli-etilenglicol-fenil)propano.

50 Estos ésteres polifuncionales de ácido (met)acrílico se pueden usar en un solo tipo o en una combinación de dos o más tipos. Desde el punto de vista de mantener el grado de adherencia, tanto en el material de resina termoplástica como en el revestimiento fotocromico se desea, sin embargo, usarlos en combinación de dos o más tipos. Concretamente, se usan preferiblemente las siguientes mezclas como monómeros polifuncionales radicalmente polimerizables.

Una mezcla de di(met)acrilato de hexanodiol y tri(met)acrilato de pentaeritritol (relación en peso de 30/70 a 70/30; una mezcla de di(met)acrilato de hexanodiol y tri(met)acrilato de trimetilopropano (relación en peso de 30/70 a 70/30;

60 una mezcla de di(met)acrilato de dietilenglicol y tri(met)acrilato de pentaeritritol (relación en peso de 30/70 a 70/30; y una mezcla de di(met)acrilato de dietilenglicol y tri(met)acrilato de trimetilopropano (relación en peso de 30/70 a 70/30.

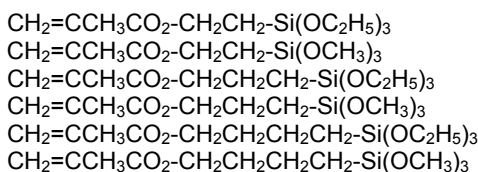
65 En la presente invención se desea que el monómero polifuncional radicalmente polimerizable, anteriormente mencionado, esté contenido en una cantidad de 10 a 80% en masa en la composición de imprimación curable.

(B) Partículas coloidales inorgánicas:

La composición de imprimación curable se mezcla con partículas coloidales inorgánicas. No hay ninguna limitación concreta sobre las partículas coloidales inorgánicas, con tal que sean partículas inorgánicas que tengan un tamaño de dimensión coloidal y que no disminuyan la propiedad de transmisión de la luz de la capa de resina reticulada formada curando la composición de imprimación curable. Sin embargo, desde el punto de vista de obtener una capa de resina reticulada que tenga un alto grado de transparencia y un índice de refracción deseado, se desea usar partículas coloidales de silicio, titanio, estaño, volframio, antimonio o circonio, solas o de un material compuesto que sea un óxido de ellos. Se prefiere mucho la sílice coloidal.

Es necesario que se introduzca un grupo radicalmente polimerizable sobre las superficies de las partículas coloidales inorgánicas. Al introducir los grupos radicalmente polimerizables sobre las superficies de las partículas coloidales inorgánicas, las partículas coloidales inorgánicas se pueden dispersar de manera uniforme y estable en la composición de imprimación curable. Además, las partículas coloidales inorgánicas sirven como puntos de reticulación en la capa de resina reticulada formada curando la composición de imprimación curable, y existen en el estado de estar químicamente unidas a una resina matriz que tiene una estructura reticulada, exhibiendo un excelente resultado de protección del material base de resina termoplástica.

En la presente invención, el grupo radicalmente polimerizable se introduce fácilmente sobre las superficies de las partículas coloidales inorgánicas tratando las superficies de las partículas coloidales inorgánicas con un agente de acoplamiento que tiene un grupo radicalmente polimerizable (concretamente, un grupo radicalmente polimerizable que se puede copolimerizar con el monómero polifuncional radicalmente polimerizable anteriormente mencionado, como por ejemplo un grupo (met)acrililo y un grupo vinilo). El agente de acoplamiento es un alcóxido de un metal constituyente de las partículas coloidales inorgánicas, y se une a las superficies de las partículas coloidales inorgánicas con la hidrólisis y la reacción de condensación. Cuando, por ejemplo, se usa sílice coloidal como partículas coloidales inorgánicas, se pueden usar, preferiblemente, los siguientes compuestos de silano (acrilatos de sililo) que tienen un grupo éster de ácido (met)acrílico:



El anterior agente de acoplamiento se usa normalmente en una cantidad de 5 a 50 partes en masa y, concretamente, de 15 a 35 partes en masa por 100 partes en masa de las partículas coloidales inorgánicas, cuyas superficies se tratan. El tratamiento superficial (introducción del grupo radicalmente polimerizable) de las partículas coloidales inorgánicas con el agente de acoplamiento, se puede realizar mediante la etapa de semicurado que se describirá más tarde. En este caso, la composición de imprimación curable contiene el agente de acoplamiento y las partículas coloidales inorgánicas en forma de mezcla.

En la presente invención, la composición de imprimación curable se mezcla con las partículas coloidales inorgánicas, que tienen un grupo radicalmente polimerizables, introducido sobre sus superficies en una cantidad de 20 a 40% en masa y, en particular, de 25 a 35% en masa, calculada como un óxido de un elemento metálico (incluido el elemento metálico del agente de acoplamiento) que constituye las partículas coloidales. Cuando la cantidad de partículas coloidales inorgánicas es inferior a este intervalo, se producen inconvenientes tales como un efecto reducido de protección de la capa de resina reticulada que se forma, y unas propiedades ópticas reducidas del material base de resina termoplástica. Cuando las partículas coloidales inorgánicas se mezclan en cantidades superiores a las del intervalo anterior, merma la adherencia entre la capa de resina reticulada y el revestimiento fotocromático formado sobre ella, debido probablemente a la estabilidad química, innecesariamente potenciada, de la capa de resina reticulada. Por ejemplo, incluso cuando se efectúa el tratamiento para introducir el sustrato activo sobre la superficie de la capa de resina reticulada, llega a ser difícil potenciar la adherencia al revestimiento fotocromático.

(C) Otros agentes de mezcla:

La composición de imprimación curable se mezcla con un iniciador de la fotopolimerización que se añade a los componentes anteriores.

Aunque no hay una limitación concreta, los ejemplos preferidos de iniciadores de la fotopolimerización incluyen los del tipo cetona, como por ejemplo benzofenona, dietoxiacetofenona, acetofenona, bencilo, benzaldehído, o-clorobenzaldehído, xantona, tioxantona y 9,10-fenantrenoquinona, así como aquellos que tienen un átomo de fósforo, como por ejemplo acilfosfina y diacilfosfina. Ejemplos concretos de iniciadores de la fotopolimerización incluyen benzoína, benzoína-metil-éter, benzoína-butyl-éter, benzofenol, acetofenona, 4,4'-diclorobenzofenona, dietoxiacetofenona, 2-hidroxi-2-metil-1-fenilpropano-1-ona, bencilmetilcetal, 1-(4-isopropilfenil)-2-hidroxi-2-metilpropano-1-ona, 1-hidroxiciclohexilfenil-cetona, 2-isopropiltioxantona, óxido de bis(2,6-dimetoxibenzoil)-2,4,4-trimetil-pentilfosfina, óxido de bis(2,4,6-trimetilbenzoil)-fenilfosfina, óxido de 2,4,6-trimetilbenzoil-difenilfosfina, y 2-bencil-2-dimetilamino-1-(4-morfolinofenil)-butanona-1.

Se desea que el iniciador de la fotopolimerización se mezcle en una cantidad de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 5% en masa, por peso total de la composición de imprimación curable.

- 5 Se desea usar también, junto con el anterior iniciador de la fotopolimerización, un iniciador de polimerización térmica que se describirá más tarde, en lo que se refiere a la composición fotocromica. La cantidad de mezcla del iniciador de la polimerización térmica es también la misma que la del caso del iniciador de la fotopolimerización.

10 En la presente invención, la composición de imprimación curable se mezcla, además, con un oligómero de uretano para mejorar más la adherencia entre la capa de resina reticulada y el revestimiento fotocromico. Como oligómero de uretano se puede usar uno que se use como un material de revestimiento para forma un revestimiento flexible. En particular, se puede usar un uretano alifático esterificado con ácido (met)acrílico que tenga un segmento de uretano y un segmento de (met)acrilo, como por ejemplo un poliuretano obtenido haciendo reaccionar un poliuretano, que tiene un grupo hidroxilo colgante, con un metacrilato de isocianatoetilo, y un acrilato de uretano obtenido haciendo reaccionar un polidimetiloxano terminado en hidroxilo, un 2,4-tolueno-diisocianato y un metacrilato de hidroxietilo. Se desea que el anterior oligómero de uretano tenga un peso molecular medio numérico de aproximadamente 200 a aproximadamente 50.000, y se mezcle en una cantidad del 5 al 60% en peso en la composición de imprimación curable. Cuando esté relacionado con el monómero polifuncional radicalmente polimerizable (A) de acrilato de uretano, como por ejemplo un tetraacrilato de oligómero de uretano, un hexametacrilato de oligómero de uretano o un hexaacrilato de oligómero de uretano, el anterior oligómero de uretano se puede usar también con los componentes anteriores.

25 Además de los componentes anteriores, se puede mezclar también un agente que absorba los rayos ultravioleta y un antioxidante para potenciar la durabilidad de la capa de resina reticulada, sí como un agente nivelador para mejorar la lisura del revestimiento. Como agente que absorbe los rayos ultravioleta, se puede poner como ejemplo un compuesto de hidroxibenzofenona, un compuesto de benzotriazol, un compuesto de cianoacrilato y un malonato de bencilideno, los cuales se pueden mezclar en una cantidad del 5 al 10% en peso, en la composición de imprimación curable. Como el agente antioxidante, se pueden usar compuestos conocidos, tales como una amina impedida y un fenol impedido. Como agente nivelador, se puede usar cualquier compuesto conocido del tipo silicona, flúor, acrílo o vinilo.

35 La composición de imprimación curable, usada en la presente invención, se prepara mezclando juntos, homogéneamente, los anteriores componentes. Sin embargo, como composición de imprimación curable se pueden usar también agentes de revestimiento para mejorar la resistencia a la abrasión y la propiedad de resistencia a la intemperie de la película de material base descrita en los documentos JP-B-6-99577, USP 4.486.504, y USP 4.478.876, así como agentes de revestimiento duro fotocurables "UVHC8558" y "UVHC1105" fabricados por GE-Toshiba Silicone Co., puestos en el mercado como Silicone Hard Coat, con tal que contengan partículas coloidales inorgánicas que tengan un grupo radicalmente polimerizables sobre su superficie, contengan un monómero polifuncional radicalmente polimerizable, y sean del tipo sin disolvente. Cuando los agentes de revestimiento puestos en el mercado, o mostrados en los documentos previos anteriormente mencionados, no se mezclan con el oligómero de uretano anteriormente mencionado, es deseable añadir el oligómero de uretano. Los documentos previos anteriormente mencionados (JP-B-6-99577, USP 4.486.504, USP 4.478.876) nos dicen bastante poco sobre la formación de un revestimiento fotocromico sobre la capa del agente de revestimiento, o sobre la adherencia a ella.

45 **Etapas de formación de un revestimiento de imprimación**

En la presente invención, la anterior composición de imprimación curable se aplica a las superficies del material base de resina termoplástica, transmisora de la luz, para formar un revestimiento de imprimación.

50 No hay ninguna limitación concreta sobre los medios de aplicación, y se puede emplear cualquier método conocido, como por ejemplo inmersión, revestimiento por centrifugación o revestimiento por baño y centrifugación. Sin embargo, ya que la composición de imprimación curable tiene la propiedad del fotocurado, se desea que el método de aplicación se base en el revestimiento por centrifugación para eludir la conservación bajo condiciones en las que la luz caiga durante prolongados periodos de tiempo. Es decir, el método de revestimiento por centrifugación aplica la composición de imprimación curable sólo en una cantidad requerida, pero no usa la imprimación curable en cantidades superiores a la cantidad requerida.

60 Como la composición de imprimación curable se aplica sobre el material base de resina termoplástica que transmite la luz, se puede usar además cualquier material base, sin limitación, con tal que esté hecho de una resina de policarbonato que tenga transparencia. Es decir se pueden usar aquí, sin ninguna limitación, materiales ópticos tales como lentes de gafas de plástico y vidrios de ventanas para casas y automóviles. Las lentes de resina de policarbonato son particularmente deseadas desde el punto de vista de una incrementada demanda de transmitir propiedades fotocromicas.

65 La cantidad de aplicación de la composición de imprimación curable (espesor del revestimiento de imprimación) se ajusta de forma que el espesor de la capa de resina reticulada formada curando completamente la composición, caiga dentro de un determinado intervalo que se describirá más adelante.

Además, antes de aplicar la composición de imprimación curable, las superficies del material base son tratadas, cuando se requiere, para potenciar la adherencia entre las superficies del material base y de la capa de resina reticulada formada mediante el curado de la composición de imprimación curable (revestimiento de imprimación). El tratamiento previo puede ser un tratamiento químico que use una solución acuosa básica o una solución acuosa ácida, un tratamiento con plasma que usa un plasma a presión atmosférica o un plasma a baja presión, un tratamiento de descarga corona, un tratamiento a la llama o un tratamiento con ozono y radiación UV. El tratamiento previo es potenciar la adherencia a la capa de resina reticulada introduciendo un grupo activo, como por ejemplo un grupo carbonilo, sobre las superficies del material base. El tratamiento previo se puede realizar contando con un decapado físico (por ejemplo, un pulido usando un agente para pulir). Esto aumenta la superficie específica del material base, hace rugosas las superficies del material base para potenciar el efecto de sujeción, y acrecienta la adherencia de la capa de resina reticulada.

Etapa de semicurado

A continuación, el revestimiento de imprimación es sometido a un semicurado mediante fotopolimerización en un medio ambiente en el que el polvo, la humedad o la temperatura están controlados y, además, cuando se requiera, en un medio ambiente sustituido con un gas inerte. El grado de semicurado es tal, que la conversión del monómero en el revestimiento de imprimación, llega a ser del 70 al 97% y, preferiblemente, del 80% al 95%. Aquí, para medir la conversión en el revestimiento de imprimación después de la etapa de semicurado, la lente de policarbonato que tiene la capa de resina reticulada, se sumerge en cloruro de metileno durante dos días para extraer de la capa de resina reticulada el monómero sin reaccionar y, luego, el monómero extraído se identifica y se determina usando una cromatografía de gases y una cromatografía líquida de alta eficacia para hallar el total de monómeros sin reaccionar. La conversión se calcula luego a partir de la siguiente fórmula,

$$\text{Conversión (\%)} = (\text{Peso total (g) del monómero extraído}) / (\text{peso (g) del monómero aplicado sobre la lente antes de ser polimerizado}) \times 100$$

Si el curado se efectúa hasta un grado en exceso, disminuye la adherencia entre la capa de resina reticulada y el revestimiento fotocromático formado sobre ella. Si el curado no es suficiente, el efecto de protección no es suficiente, las superficies del material base se blanquean o se hinchan cuando se aplica la composición fotocromática sobre el revestimiento en una etapa posterior, y las propiedades ópticas se ven perjudicadas. Además, se hace difícil aplicar uniformemente la composición fotocromática, y el espesor del revestimiento fotocromático tiende a hacerse disperso.

Se irradia luz para semicurar el revestimiento de imprimación. Como fuente de luz, se puede usar aquí una lámpara que tenga electrodos, como por ejemplo una lámpara de haluro metálico, una lámpara de mercurio de ultra-alta presión, una lámpara de mercurio de alta presión, una lámpara de mercurio de presión media, una lámpara de esterilización, una lámpara de xenón, una lámpara de wolframio o de arco de carbono, o una lámpara sin electrodo. Aunque no hay limitación sobre la intensidad de la luz irradiada, se desea que la intensidad de la luz de 405 nm no sea superior a 150 mW/cm², y sea, concretamente, de 30 a 130 mW/cm² y, más concretamente, de 40 a 120 mW/cm² sobre las superficies del material base, y el tiempo de curado esté, normalmente, en el intervalo de 5 segundos a 3 minutos, aunque no hay ninguna limitación concreta desde el punto de vista de prevenir la deformación y la decoloración del material base originada por el calor radiante.

El revestimiento de imprimación del estado de semicurado, así formado, tiene una alta resistencia contra el disolvente, evita eficazmente que las superficies del material base de la resina termoplástica, cuando se aplica sobre ellas el agente de revestimiento fotocromático, se blanqueen o se hinchen, y exhibe una excelente adherencia al revestimiento fotocromático obtenido mediante el curado de la composición fotocromática.

Etapa de aplicación del agente fotocromático

En la presente invención, se aplica una composición fotocromática polimerizable (composición fotocromática) sobre el revestimiento de imprimación del estado semicurado. Sin embargo, antes de aplicar la composición fotocromática, las superficies del revestimiento de imprimación en el estado de semicurado se pueden tratar previamente cuando se requiera. Al igual que el tratamiento previo, anteriormente mencionado, para las superficies del material base, el tratamiento previo es un tratamiento químico que usa una solución acuosa básica o una solución acuosa ácida, un tratamiento con plasma que usa un plasma a presión atmosférica o un plasma a baja presión, un tratamiento de descarga corona, un tratamiento a la llama o un tratamiento con y ozono radiación UV para introducir un grupo activo sobre las superficies, o es un decapado físico, como por ejemplo un pulido usando un agente para pulir, con el fin de potenciar el efecto de sujeción.

Como la composición fotocromática, se puede usar, sin ninguna limitación, una conocida. Sin embargo, desde el punto de vista de las propiedades fotocromáticas, las propiedades ópticas, la resistencia al disolvente del revestimiento fotocromático formado mediante curado, la resistencia a los rasguños, y la adherencia, se desea usar la composición fotocromática que contenga un monómero radicalmente polimerizable (de aquí en adelante denominado monómero de silanol radicalmente polimerizable) que tenga un grupo silanol o un grupo que forme un grupo silanol con la hidrólisis, un compuesto amínico y un compuesto fotocromático. Además, se desea que la composición fotocromática se mezcle con un monómero radicalmente polimerizable (monómero de maleimida radicalmente polimerizable) que incluya un grupo maleimida. Al mezclarse con el monómero de maleimida radicalmente polimerizable, se puede aumentar más la adherencia.

Como monómero de silanol radicalmente polimerizable se pueden poner como ejemplo, γ -metacrililoiloxipropiltrimetoxisilano, γ -metacrililoiloxipropiltriethoxisilano, γ -metacrililoiloxipropilmetildimetoxisilano, (3-acriloxipropil)dimetiletoxosilano, (3-acriloxipropil)dimetildimetoxisilano, (3-acriloxipropil)trimetoxisilano, (metacrililoiloximetil)dimetiletoxosilano, metacrililoiloximetiltriethoxisilano, metacrililoiloximetiltrimetoxisilano, metacrililoiloxipropildimetiletoxosilano, y metacrililoiloxipropildimetildimetoxisilano,

Aunque no hay ninguna limitación concreta sobre la cantidad de monómero, se desea que el monómero esté contenido en la composición fotocromica en una cantidad de 0,5 a 20% en masa y, concretamente, en una cantidad de 1 a 10% en masa.

Como monómero de maleimida radicalmente polimerizable, se puede usar la 4,4'-difenilmetanobismaleimida, bis(3-etil-5-metil-4-maleimidafenil)metano, 2,2-bis[4-(4-meleimidafenoxi)fenil]propano, el éster de la m-maleimidabenzoil-N-hidroxisuccinimida, y el succinoimidil-4-(N-maleimidametil)ciclohexano-1-carboxilato. Aunque no hay ninguna limitación sobre la cantidad a usar, se desea que el monómero esté contenido en una cantidad de 0,05 a 15% en masa y, concretamente, 0,1 a 10% en masa, en la composición fotocromica.

La composición fotocromica puede contener además cualquier otro monómero radicalmente polimerizable además del anterior monómero de silanol radicalmente polimerizable y el monómero de maleimida radicalmente polimerizable. Como el otro monómero radicalmente polimerizable, se puede usar trimetacrilato de trimetilolpropano, triacrilato de trimetilolpropano, trimetacrilato de tetrametilolmetano, triacrilato de tetrametilolmetano, triacrilato de trimetilolmetano-trietilenglicol, tetrametacrilato de pentaeritritol, hexaacrilato de dipentaeritritol, tetraacrilato de oligómero de uretano, hexaacrilato de oligómero de uretano, hexaacrilato de oligómero de poliéster, dimetacrilato de dietilenglicol, dimetacrilato de trietilenglicol, dimetacrilato de tetraetilenglicol, dimetacrilato de bisfenol A, 2,2-bis(4-metacrililoiloxietoxifenil)propano, metacrilato de glicidilo, y 2,2-bis(4-acrililoiloxipolietilenglicol-fenil)propano que tienen un peso molecular medio de 776, y metacrilato de metil-éter-polietilenglicol que tiene un peso molecular medio de 475. Aunque no hay ninguna limitación en concreto sobre la cantidad a usar, los otros monómeros radicalmente polimerizables pueden estar contenidos en una cantidad del 20 al 90% en masa y, concretamente, del 40 al 80% en masa en la composición fotocromica.

Como compuesto amínico contenido en la composición fotocromica, se puede usar trietanolamina, N-metildietanolamina, triisopropanolamina, metacrilato de N,N-dimetilaminoetilo, y metacrilato de N,N-dietilaminoetilo. Aunque no hay ninguna limitación concreta sobre la cantidad a usar, se desea que el compuesto amínico esté contenido en una cantidad de 0,01 a 15% en masa y, concretamente, de 0,1 a 10% en masa, en la composición fotocromica. Se considera que el compuesto amínico está jugando el papel de un catalizador para generar los anteriormente mencionados grupos silanol y, por lo tanto, funcione para mejorar la adherencia entre la capa de resina reticulada y la capa fotocromica.

Como compuesto fotocromico se pueden usar, además, derivados del naftopirano, derivados del cromeno, derivados de la espirooxazina, derivados del espiropirano y derivados de la fulgimida. Aunque no hay ninguna limitación concreta sobre la cantidad a usar, se desea que el compuesto fotocromico se use en una cantidad de 0,1 a 30% en masa y, concretamente, de 1 a 10% en masa en la composición fotocromica.

La composición fotocromica se mezcla, además, con un iniciador de la fotopolimerización o un iniciador de la polimerización térmica, dependiendo de la clase de monómero radical que se use. Como iniciador de la fotopolimerización, aquí se pueden usar preferiblemente aquellos que se mezclaron en la composición de imprimación curable anteriormente mencionada. Como iniciador de la polimerización térmica, se puede usar aquí un peróxido, como por ejemplo peróxido de benzóilo, peróxido de p-clorobenzóilo, hexanoato de terc-butilperoxi-2-etilo, peroxidicarbonato de terc.butilo, peroxiisobutirato de terc-butilo, y peroxidicarbonato de diisopropilo; azocompuestos tales como azobisisobutylonitrilo; y compuestos de boro, tales como el tributilborano, óxido parcial de tributilborano, tetrafenilborato de sodio, tetraquis(p-clorofenil)borato de sodio y tetraquis(p-clorofenil)borato de potasio. Se desea que el iniciador de la fotopolimerización esté contenido, normalmente, en una cantidad de 0,01 a 5% en masa y, concretamente, de 0,1 a 2% en masa, en la composición fotocromica, aunque la cantidad puede variar dependiendo de la clase de iniciador.

En la presente invención, además, se desea que la composición fotocromica contenga un agente de acoplamiento, como por ejemplo un agente de acoplamiento de silano. Esto mejora más la adherencia entre la capa de resina reticulada y el revestimiento fotocromico. Es decir, las partículas coloidales inorgánicas en la capa de resina reticulada se unieron químicamente al agente de acoplamiento en la capa fotocromica, en la interfase, entre la capa de resina reticulada y el revestimiento fotocromico, por lo que la adherencia se mejora más entre las dos capas. Como tal agente de acoplamiento, se puede usar aquí un compuesto de alquilsilano que tiene un grupo epoxi. Son ejemplos concretos el γ -glicidoxipropiltrimetoxisilano y el γ -glicidoxipropilmetildimetoxisilano, o los puestos como ejemplo en el párrafo de la composición de imprimación curable. En concreto, se prefiere un agente de acoplamiento de silano. Deseablemente, además, el contenido del agente de acoplamiento es de 0,1 a 20% en masa y, concretamente, de 0,5 a 10% en masa, en la composición fotocromica.

Se ajusta la viscosidad de la composición fotocromica que contiene los anteriores componentes, ajustando el contenido de los componentes para que caigan dentro del intervalo anteriormente mencionado; es decir, la viscosidad, por ejemplo a 25°C, se ajusta para que caiga dentro de un intervalo de 0,02 a 1 Pa-s, concretamente de 0,05 a 0,8 Pa-s

5 y, más concretamente 0,07 a 0,5 Pa-s, desde el punto de vista de la capacidad de aplicación. Normalmente, la composición fotocromática se aplica de forma que la capa de revestimiento fotocromático obtenida mediante el curado de la composición fotocromática tenga un espesor de 10 a 100 μm y, concretamente, de 20 a 50 μm . Por ejemplo, un agente de revestimiento para un revestimiento duro, que generalmente se usa para lentes de plástico, contiene un disolvente para obtener una película delgada y uniforme, y su viscosidad a 25°C es, normalmente, inferior a 0,005 Pa-s, y el revestimiento obtenido usando este agente de revestimiento es de varios micrómetros como máximo. Por lo tanto, la composición fotocromática usada en la presente invención es muy viscosa comparada con el anterior agente de revestimiento, y el revestimiento fotocromático que se obtiene es también muy grueso.

10 No hay ninguna limitación concreta sobre el medio de aplicación de la composición fotocromática y se puede usar cualquier método conocido, como por ejemplo el método de revestimiento por centrifugación, el método de revestimiento por rociado, el método de revestimiento por inmersión, o el método de revestimiento por baño y centrifugación.

15 En la presente invención, la anterior composición fotocromática se aplica sobre el revestimiento de imprimación del estado semicurado y, por o tanto, las superficies del material base de resina termoplástica están protegidas por el revestimiento de imprimación. Al aplicar la composición fotocromática, por lo tanto, se evita de forma eficaz que las superficies del material base se blanqueen o se hinchen.

20 **Etapas de curado final**

La composición fotocromática aplicada sobre el revestimiento de imprimación del estado semicurado, según se describió anteriormente, se polimeriza y se cura de nuevo para curar finalmente el revestimiento de imprimación en el estado de semicurado y formar, por ello, una capa de resina reticulada. Al mismo tiempo, la composición fotocromática se polimeriza y se cura para formar el revestimiento fotocromático.

25 En cuanto al método de curado, se emplea adecuadamente o bien el método de fotocurado o el método de curado térmico, dependiendo de la clase de iniciador de la polimerización por radicales mezclado en la composición fotocromática. Desde el punto de vista de las propiedades del revestimiento que se obtiene, de su aspecto y de curar completamente el revestimiento de imprimación, se desea efectuar el curado mediante la irradiación con luz usando un iniciador de fotopolimerización, y empleando un método para completar el curado por calentamiento. En este caso, por lo tanto, se desea usar un iniciador de la fotopolimerización y un iniciador de la polimerización térmica en la composición fotocromática.

35 Como fuente de luz para el fotocurado, se puede usar aquí una lámpara que tenga electrodos, como por ejemplo una lámpara de haluro metálico, una lámpara de mercurio de ultra-alta presión, una lámpara de mercurio de alta presión, una lámpara de mercurio de presión media, una lámpara de esterilización, una lámpara de xenón, una lámpara de wolframio o de arco de carbono, o una lámpara sin electrodo. Además, se puede usar un rayo de electrones como fuente de luz. En este caso, la composición fotocromática se puede curar sin mezclarse con el iniciador de la fotopolimerización.

40 Como método para curar térmicamente, además se puede poner como ejemplo un método de polimerización térmica por calentamiento en un horno de polimerización, y un método curado por polimerización mediante irradiación de rayos infrarrojos en el horno de polimerización. Cuando se efectúa, sin embargo, el curado térmico, es necesario que la temperatura de polimerización se establezca (por ejemplo, no más alta de 130°C) de forma que el material base no se deforme térmicamente.

45 Por eso, el revestimiento de imprimación, en el estado de semicurado, se cura finalmente y la composición fotocromática se cura por polimerización en cierto momento, por lo que las moléculas del polímero se entrecruzan y se producen uniones químicas entre la capa de resina reticulada y el revestimiento fotocromático haciendo posible que la adherencia se potencie enormemente entre las dos capas.

50 **Producto fotocromático en forma de lámina**

El producto fotocromático en forma de lámina, obtenido por el método anterior, es una estructura laminada que tiene el revestimiento fotocromático formado, a través de la capa de resina reticulada, sobre las superficies del material base de una resina termoplástica que transmite la luz, representada por una resina de policarbonato.

55 La capa de resina reticulada interpuesta entre el material base y la capa fotocromática contiene partículas coloidales inorgánicas en una cantidad de 20 a 40% en masa y, concretamente, de 25 a 35% en masa, y tiene normalmente un espesor de 0,1 a 20 μm , preferiblemente, de 0,5 a 15 μm y, más preferiblemente, de 1 a 5 μm . Al formar el revestimiento fotocromático a través de la capa de resina reticulada, se evita que las superficies del miembro base se blanqueen o se hinchen, se impide que las propiedades ópticas del material base se deterioren y que no se vean mermaidas en absoluto las excelentes propiedades de transmisión de luz del material base. En la capa de resina reticulada, en concreto, las partículas coloidales inorgánicas están unidas químicamente al componente de resina que sirve matriz exhibiendo un muy incrementado efecto de proteger la capa de resina reticulada y evitando, de forma fiable, que las superficies del miembro base se deterioren en el momento de aplicar la composición fotocromática.

La unión química entre las partículas coloidales inorgánicas y el componente de resina se puede confirmar, por ejemplo, observando el estado de la interfase entre las dos, en una sección partida de la capa de resina haciendo uso de un microscopio electrónico. Cuando no se ha formado unión química, las superficies de las partículas coloidales inorgánicas están directamente expuestas y se observa la estructura de separación de las fases. Cuando se ha formado la unión química, las superficies de las partículas coloidales inorgánicas están cubiertas con la resina, y se observa una estructura en la que las partículas coloidales inorgánicas están disueltas en el otro componente de resina, sin separación en la fase. Como ya se describió, el revestimiento fotocromático formado sobre la capa de resina reticulada tiene un espesor que es, normalmente, de 10 a 100 μm y, concretamente, de 20 a 50 μm , e incluye el compuesto fotocromático. La capa así formada exhibe propiedades fotocromáticas, desarrollando un color determinado con la irradiación de luz, como por ejemplo luz ultravioleta, y que se desvanece cuando ya no es irradiada con luz. En concreto, como se demostrará más adelante, en los ejemplos que aparecen después, el producto fotocromático, en forma de lámina, de la presente invención, está provisto de una adherencia muy grande entre el revestimiento fotocromático y la capa de resina reticulada. Cuando, por ejemplo, el producto fotocromático en forma de lámina se sumerge en agua hirviendo a 100°C durante 1 hora y, a partir de ahí, se mantiene en una atmósfera de 20°C durante 30 minutos, la resistencia al despegue entre el revestimiento fotocromático y la capa de resina reticulada no es inferior a 95/100 y, concretamente, no es inferior a 98/100, según se calcula mediante un ensayo de adherencia-teselado, usando una cinta (JIS D 0202-1988). Por consiguiente, el producto fotocromático en forma de lámina está provisto de una excelente durabilidad y exhibe propiedades fotocromáticas durante prolongados periodos de tiempo.

El producto fotocromático, en forma de lámina, de la presente invención se puede usar directamente, por ejemplo, como lentes de gafas fotocromáticas usando las lentes como material base. Sin embargo, cuando se requiera, se desea que el producto fotocromático, en forma de lámina, de la invención se use estando cubierto con un revestimiento duro. Al estar cubierto con el revestimiento duro, se puede mejorar la resistencia a los rasguños. Se puede usar aquí cualquier revestimiento duro conocido, sin limitaciones, como por ejemplo el obtenido aplicando y curando un agente de acoplamiento de silano o un agente de revestimiento duro que contenga, como componente principal, un sol de un óxido de silicio, circonio, antimonio o aluminio, o el obtenido aplicando y curando un agente de revestimiento duro que contenga un material orgánico de alto peso molecular como componente principal. Usando un agente de revestimiento duro que contenga un monómero de sililo, en concreto, se logra fácilmente una adherencia fuerte y suficiente.

Cuando se requiera, además, se permite efectuar el trabajo y el tratamiento secundario, como por ejemplo un tratamiento anti-reflexión y un tratamiento antiestático evaporando a vacío una delgada película de un óxido metálico, como por ejemplo SiO_2 , TiO_2 o ZrO_2 , o aplicando un material orgánico de alto peso molecular, sobre el revestimiento duro.

Ejemplos

La presente invención se describirá ahora por medio de Ejemplos y Ejemplos comparativos a los que, sin embargo, la invención no está únicamente limitada en modo alguno.

Además, se describe más adelante una diversidad de compuestos polimerizables usados en los ejemplos.

Compuestos polimerizables

*MACO: Sílice coloidal acrilada

Se añadió un gramo de γ -metacrililoiloxipropiltrimetoxisilano a 16,6 g de sílice coloidal en 50 g de t-butanol, y se hizo reaccionar a 83°C durante 5 minutos, según un método descrito en el Ejemplo 1 del documento USP 4.455.205. Después de la reacción, se enfrió el sistema de reacción y se separó el disolvente por destilación para obtener un producto buscado.

*U4HA: Acrilato de uretano tetrafuncional (peso molecular, 496, producido por Shin-Nakamura Kagaku Co.).

*UA4100: Acrilato de uretano bifuncional (peso molecular, 1200, producido por Shin-Nakamura Kagaku Co.).

*TSL8370: γ -metacrililoiloxipropiltrimetoxisilano.

A-200: diacrilato de etilenglicol (peso molecular medio, 308).

BPE 10: 2,2-bis(4-metacrililoiloxipentaetoxifenil)propano.

A-400: Diacrilato de polietilenglicol (peso molecular medio, 532).

TMTP: Trimetacrilato de trimetilolpropano.

EB1830: Hexaacrilato de oligómero de poliéster (producido por Dycell UCB Co.).

GMA: metacrilato de glicidilo.

BMI: 4,4'-difenilmetano-bismaleimida

PFR: Isocianato aromático

Oligómero de poliéster-polioluretano (peso molecular, 5000)

34EN: Isocianato alifático

Oligómero de poliéster-polioluretano (peso molecular, 3000)

Compuestos amínicos

*NMDEA: N-metildietanolamina

Iniciador de la fotopolimerización

*CGI1800: Una mezcla de una 1-hidroxiciclohexilfenilcetona y un fosfinóxido de bis(2,6-dimetoxibenzoil)-2,4,4'-trimetil-pentilo (relación de peso, 3:1).

5 Iniciador de la polimerización térmica

*Perbutil IB: Peroxiisobutirato de terc-butilo (nombre comercial: Perbutil IB, producido por Nihon Oil Fat Co.)

Ejemplo 1

10 Formación del revestimiento de imprimación

Como material base de la lente, se usó una material para lentes de policarbonato. Se aplicó un agente de revestimiento duro fotocurable "UVHC1105" (contenido de sílice coloidal: 30% en peso), producido por GE Toshiba Silicone Co., como composición de imprimación curable (solución de imprimación) sobre las superficies del material base mediante el método de revestimiento por centrifugación, usando un aplicador de revestimientos por centrifugación 1H-DX2, fabricado por MIKASA Co., de forma que el espesor de la película era de 2 µm. Después de esto, la composición de imprimación curable se semicuró irradiándose con luz desde una lámpara de haluro metálico de 120 vatios, en una atmósfera de nitrógeno, durante 2 minutos, para preparar un material para lentes que tenía un revestimiento de imprimación en estado de semicurado que contiene sílice coloidal en una cantidad del 30% en masa. Se evaluaron las propiedades del revestimiento de imprimación, así obtenido, por los métodos abajo descritos.

20 Evaluación de las propiedades del revestimiento de imprimación

(a) Evaluación de la conversión

Se sumergió el material de las lentes que tenía la capa de imprimación en el estado de semicurado, en cloruro de metileno, durante dos días, para extraer del revestimiento de imprimación el monómero sin reaccionar. Se identificó el monómero extraído y se determinó usando una cromatografía de gases y una cromatografía líquida de alta eficacia para hallar la cantidad total de monómero sin reaccionar y calcular la conversión según la siguiente fórmula,

$$\text{Conversión (\%)} = (\text{Peso total (g) del monómero extraído}) / (\text{peso (g) del monómero aplicado sobre la lente antes de ser polimerizado}) \times 100$$

Como resultado, el grado de polimerización era del 90%.

30 (b) Evaluación de la adherencia entre el material base y el revestimiento de imprimación

Se sumergió el material de la lente, que tenía el revestimiento de imprimación, en agua hirviendo a 100°C, durante 1 hora y, después de eso, se mantuvo en una atmósfera de 20°C durante 30 minutos para realizar el ensayo de adherencia-teselado usando una cinta, según JIS D 0202-1988. Se adhirió íntimamente una cinta de celofán (CT24 producida por Nichiban Co.) a la superficie del revestimiento de imprimación haciéndose presión con la yema de un dedo y, luego, se despegó. La valoración se basó en el número de cuadrados que no se despegaron entre 100 cuadrados. Es decir, se mantienen 100/100 para el caso en el que el revestimiento de imprimación no se desprendió en absoluto y se mantienen 0/100 en el caso en el que el revestimiento de imprimación se desprendió completamente.

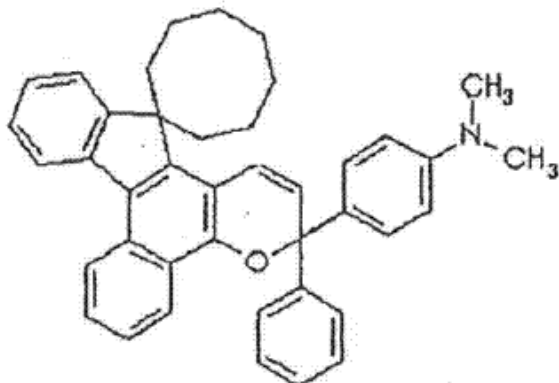
40 La adherencia entre el revestimiento de imprimación formado mediante el método anterior y el material de la lente era de 100/100.

Formación del revestimiento fotocromático

45 Como tratamiento previo, se trató la superficie del revestimiento de imprimación usando un aparato para tratamientos corona, Multidyne, fabricado por Navitus Co., para formar en revestimiento fotocromático.

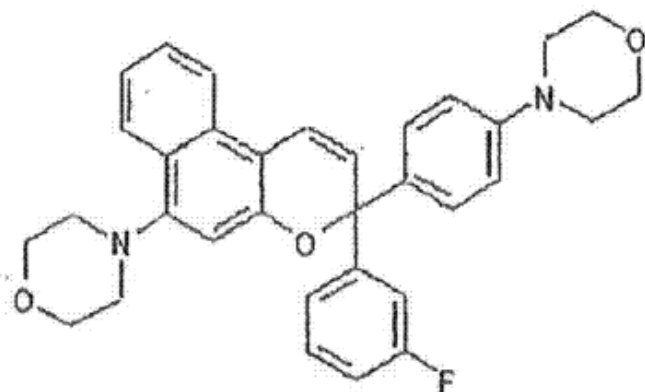
50 A continuación, se mezclaron BPE10/A-400/TMPT/EB1830/GMA, que son los monómeros radicalmente polimerizables, en una relación de 50 partes en peso/15 partes en peso/15 partes en peso/10 partes en peso/10 partes en peso, para preparar una mezcla de monómeros radicalmente polimerizables. A 100 partes en peso de esta mezcla, se le añadió un compuesto fotocromático (A) que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula, en una cantidad de 2,35 partes en peso, un compuesto fotocromático (B) que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula, en una cantidad de 0,6 partes en peso, y un compuesto fotocromático (C) que tiene una estructura representada por la siguiente fórmula, en una cantidad de 0,4 partes en peso, y se mezclaron todos juntos hasta un grado suficiente.

Compuesto fotocromico (A):



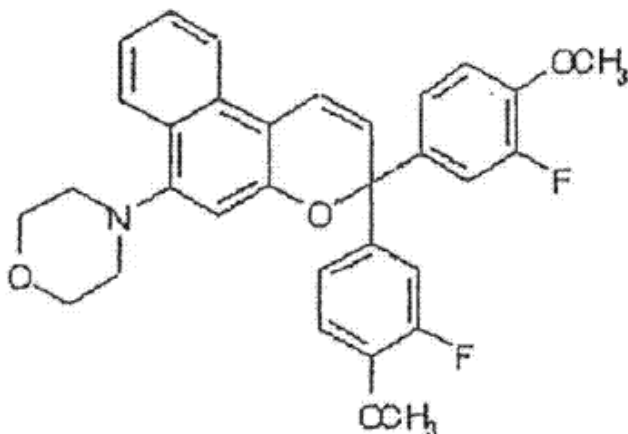
5

Compuesto fotocromico (B):



10

Compuesto fotocromico (C):



15 A continuación, se añadieron a la mezcla obtenida 0,5 partes en peso de un CGI 1800, que es un iniciador de la polimerización; 5 partes en peso de sebacato de bis(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidilo), que es un estabilizante; 7 partes en peso de γ -metacrililoiloxipropiltrimetoxisilano, que es un agente de acoplamiento de silano; 1,5 partes en peso de 4,4'-difenilmetanobismaleimida, y 3 partes en peso de N-metildietanolamina, y se mezclaron todos juntos hasta un grado suficiente para preparar una composición fotocromica polimerizable (composición del agente fotocromico).

20 Se aplicaron aproximadamente 2 g del agente fotocromico así obtenido, mediante revestimiento por centrifugación, sobre las superficies del material de la lente que tenía el revestimiento de imprimación en estado de semicurado, usando un aplicador de revestimientos por centrifugación 1H-DX2, fabricado por MIKASA Co. El material de la lente, cuyas superficies estaban revestidas, fue irradiado con luz procedente de una lámpara de haluro metálico, con un

5 flujo luminoso de salida de 120 mW/cm^2 , durante 3 minutos, en una atmósfera de gas nitrógeno, para formar un revestimiento fotocromico. Mediante el tratamiento de curado anterior, el revestimiento de imprimación en estado semicurado, fue curado finalmente para formar una capa de resina reticulada, y producir por ello un producto fotocromico en forma de lámina. El espesor del revestimiento fotocromico obtenido se podrá ajustar dependiendo de las condiciones del revestimiento por centrifugación. En este ejemplo, el espesor del revestimiento fotocromico se ajustó para que fuese de $40 \pm 1 \mu\text{m}$.

10 Se evaluaron las propiedades (aspecto, opacidad y adherencia) del revestimiento fotocromico sobre las superficies del producto fotocromico en forma de lámina, así obtenido (sobre las superficies de la capa de resina reticulada), mediante los métodos descritos a continuación.

Evaluación de las propiedades del revestimiento fotocromico

15 (a) Evaluación del aspecto
El aspecto del producto fotocromico en forma de lámina que tenía un revestimiento fotocromico formado sobre las superficies del material de la lente de policarbonato mediante la capa de resina reticulada, se evaluó irradiando el material de la lente con luz procedente de un proyector para observar y evaluar la superficie proyectada. A continuación se describen las referencias de de la evaluación.

20 \circ : Liso y sin rugosidad alguna
O : Se observa rugosidad muy fina
 Δ : Se observa rugosidad localmente
X : Se observa rugosidad constantemente o el material base está afectado

25 El aspecto del material de la lente preparado mediante el método anterior se evaluó que era \circ .

(b) Evaluación de la opacidad
Haciendo uso del proyector, se examino la opacidad de la lente mediante los ojos. Las referencias de la evaluación se clasificaron en los siguientes términos.

30 O : No hay opacidad
 Δ : Se observa opacidad localmente
X : Blanqueado en su totalidad

35 (c) Evaluación de la adherencia entre el revestimiento fotocromico y la capa de resina reticulada
Se evaluó la adherencia mediante el mismo método que el usado para evaluar la adherencia entre el material de la lente y el revestimiento de imprimación. Como resultado, la adherencia entre el revestimiento fotocromico y la capa de resina reticulada fue de 100/100.

40 La composición de la imprimación curable (solución de imprimación) usada para la reticulación de la capa de resina y la condición de semicurado del Ejemplo 1 fueron como se muestra en la Tabla 1, y la composición del agente fotocromico que se usó en las condiciones de tratamiento previo fueron como se muestra en la Tabla 2. Además, la conversión del revestimiento de imprimación y los resultados evaluados de las propiedades del revestimiento de imprimación y del revestimiento fotocromico (capa fotocromica) se muestran en la Tabla 3

Ejemplo 2

45 Se produjo un producto fotocromico en forma de lámina, formando un revestimiento fotocromico, sobre las superficies de un materia de una lente, mediante la capa de resina reticulada de la misma manera que en el Ejemplo 1, con la excepción de usar, como solución de imprimación, un agente de revestimiento duro fotocurable "UVHC8558", producido por GE Toshiba Silicone Co., para formar una capa de resina reticulada que contenía 30% en peso de sílice coloidal. Se evaluó el producto en forma de lámina para ver sus propiedades, de la misma manera que en el Ejemplo 1.

55 La composición de la imprimación curable y la condición de semicurado fueron como las mostradas en la Tabla 1, la composición del agente fotocromico y las condiciones de tratamiento previo fueron como se muestra en la Tabla 2, y la conversión del revestimiento de imprimación, y los resultados evaluados de las propiedades del revestimiento de imprimación y de la capa fotocromica fueron como se muestra en la Tabla 3.

Ejemplos 3 a 18

60 Se produjeron los productos fotocromicos en forma de lámina de la misma manera que en el Ejemplo 1, pero usando los agentes fotocromicos de las composiciones mostradas en la Tabla 2 en vez de usar la composición de imprimación curable y las condiciones de curado mostrados en la Tabla 1. Se valoraron las propiedades de los productos en forma de lámina de la misma manera que en el Ejemplo 1.

Las composiciones de las imprimaciones curables y las condiciones de semicurado fueron como se muestra en la Tabla 1, las composiciones del agente fotocrómico y las condiciones del tratamiento previo fueron como se muestra en la Tabla 2, y la conversión de los revestimientos de imprimación, y los resultados evaluados de las propiedades de los revestimientos de imprimación y de las capa fotocrómicas fueron como se muestra en la Tabla 3.

5

Ejemplo comparativo 1

Se formó un revestimiento de imprimación que contenía sílice coloidal en una cantidad del 50% en peso, aplicando como solución de imprimación, un agente de revestimiento duro curable por calor "NSC1274" (contenido de sílice: 50% en peso) producido por Nihon Seikasha Co., sobre las superficies del material de la lente de policarbonato, usado en el Ejemplo 1, manteniendo un espesor de película de 2 μm , seguido de un curado bajo las condiciones de 110°C, durante una hora. Después de eso, se formó un revestimiento fotocrómico para formar un producto fotocrómico, en forma de lámina, de la misma manera que en el Ejemplo 1, y se evaluaron las propiedades de la misma manera que en el Ejemplo 1 (se evaluó que el aspecto del revestimiento fotocrómico era X, y la adherencia, también, se evaluó que era X).

10

15

La composición de la imprimación curable y la condición de semicurado fueron como se muestra en la Tabla 1, la composición del agente fotocrómico y las condiciones del tratamiento previo fueron como se muestra en la Tabla 2, y la conversión de los revestimientos de imprimación, y los resultados evaluados de las propiedades de los revestimientos de imprimación y de las capa fotocrómicas fueron como se muestra en la Tabla 3.

20

Ejemplo comparativo 2

Se produjo un producto fotocrómico, en forma de lámina, sin formar el revestimiento de imprimación pero formando el revestimiento fotocrómico directamente sobre las superficies del material de la lente de policarbonato mediante el mismo método que en el Ejemplo 1, y se evaluó el revestimiento fotocrómico (capa fotocrómica) para ver sus propiedades. Los resultados fueron como se muestra en la Tabla 3. El revestimiento fotocrómico se blanqueó y su adherencia fue X.

25

Ejemplos comparativos 3 y 4

Se produjeron los productos fotocrómicos, en forma de lámina, de la misma manera que en el Ejemplo 1, pero usando los agentes fotocrómicos de las composiciones mostradas en la Tabla 2 en vez de usar la composición de imprimación curable y las condiciones de curado mostrados en la Tabla 1. Se valoraron las propiedades de los productos, en forma de lámina, de la misma manera que en el Ejemplo 1.

35

Las composiciones de la imprimación curable y las condiciones de semicurado fueron como se muestra en la Tabla 1, las composiciones del agente fotocrómico y las condiciones del tratamiento previo fueron como se muestra en la Tabla 2, y la conversión de los revestimientos de imprimación, y los resultados evaluados de las propiedades de los revestimientos de imprimación y de las capa fotocrómicas fueron como se muestra en la Tabla 3.

40

Tabla 1

Ejemplo N°	Contenido de sílice (%)	Capa de resina reticulada Composición de imprimación curable	Atmósfera de curado	Tiempo de irradiación Rayos UV (minutos)
1	30	UVHC1105	nitrógeno	2
2	30	UVHC8558	nitrógeno	2
3	30	UVHC1105	aire	0,5
4	30	UVHC8558	aire	0,5
5	30	UVHC1105	aire	0,5
6	30	UVHC8558	aire	0,5
7	30	UVHC1105 CGI1800 = 0,2	aire	0,5
8	25	MACO/U4HA/A-200 = 30/50/20 CGI1800 = 1	aire	0,5
9	25	MACO/U4100/A-200 = 30/50/20 CGI1800 = 1	aire	0,5
10	25	MACO/U4100/A-200 = 30/50/20 CGI1800 = 1	aire	0,5
11	25	MACO/EB1830/A-200 = 30/50/20 CGI1800 = 1	aire	0,5
12	25	MACO/TMPT/A-400 = 30/20/20 CGI1800 = 1	aire	0,5
13	20	MACO/PFR/A-200 = 25/50/25 CGI1800 = 0,5	aire	0,5
14	20	MACO/34EN/A-200 = 25/50/25 CGI1800 = 0,5	aire	0,3
15	20	UVHC1105/PFR = 70/30	aire	0,3
16	20	UVHC8558/34EN = 70/30	aire	0,3
17	20	UVHC1105/UA4100 = 70/30	aire	0,3
18	30	UVHC1105 Perbutil IB = 0,3	aire	0,5
Ej. Comp. N°				
1	50	NSC1274	aire	curado por calor
2	0	sin imprimación	--	--
3	50	MACO/U4HA/A-200/ = 60/20/20 CGI1800 = 1	aire	0,5
4	0	U4HA/A-200 = 50/50 CGI1800 = 1	aire	0,5

Tabla 2

Ejemplo N°	Tratamiento previo antes de aplicar el revestimiento fotocromico	Composición del agente fotocromico (partes en peso)	
		Composición del monómero	Amina
		Clase	Cantidad (partes en peso)
1	tratamiento corona	NMDEA	3
2	tratamiento corona	NMDEA	3
3	no	NMDEA	3
4	no	NMDEA	3
5	no	no	-
6	no	no	-
7	no	no	-
8	no	no	-
9	no	no	-
10	no	no	-
11	no	NMDEA	3
12	no	NMDEA	3
13	no	NMDEA	3
14	tratamiento corona	NMDEA	3
15	no	NMDEA	3
16	no	NMDEA	3
17	no	NMDEA	3
18	no	NMDEA	3
Ej. Comp. N°			
1	tratamiento corona	no	-
2	no	NMDEA	3
3	no	NMDEA	3
4	no	no	-

Tabla 3

<u>Ejemplo N°</u>	<u>Conversión (%)</u>	<u>Adherencia entre el revestimiento de imprimación y el material de la lente</u>	<u>Aspecto después de que se forme la capa fotocromática</u>	<u>Opacidad</u>	<u>Adherencia entre la capa fotocromática y la capa de resina reticulada</u>
1	95	100/100	⊙	○	98/100
2	95	100/100	⊙	○	98/100
3	85	100/100	⊙	○	100/100
4	85	100/100	⊙	○	100/100
5	85	100/100	⊙	○	100/100
6	85	100/100	⊙	○	100/100
7	85	100/100	⊙	○	100/100
8	85	100/100	⊙	○	100/100
9	85	100/100	⊙	○	100/100
10	85	100/100	⊙	○	100/100
11	85	96/100	⊙	○	96/100
12	85	95/100	⊙	○	95/100
13	85	99/100	⊙	○	99/100
14	88	98/100	⊙	○	98/100
15	88	100/100	⊙	○	100/100
16	88	100/100	⊙	○	100/100
17	88	100/100	⊙	○	100/100
18	87	100/100	⊙	○	100/100
<u>Ej. Comp. N°</u>					
1	--	0/100	X	○	0/100
2	--	--	X	X	0/100
3	90	60/100	Δ	○	50/100
4	90	100/100	X	X	0/100

5 Según la presente invención, se pueden impartir propiedades fotocromicas formando, mediante un método de revestimiento, un revestimiento fotocromico sobre un material base que tiene una superficie hecha de una resina termoplástica que transmite la luz sin deteriorar las propiedades ópticas del material base. Además, el material base y el revestimiento fotocromico se pueden adherir fuertemente uno a otro. Además, el producto fotocromico, en forma de lámina, de la presente invención tiene excelentes características tales como buenas propiedades ópticas, buenas propiedades fotocromicas y una favorable adherencia entre las capas, y se puede usar de forma adecuada, por ejemplo como lentes de gafas fotocromicas.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un producto fotocromico, en forma de lámina, que comprende un material base de una resina termoplástica que tiene la propiedad de transmitir la luz, cuya resina termoplástica es un policarbonato, una capa de resina reticulada formada sobre las superficies de dicho material base y que contiene partículas coloidales inorgánicas en una cantidad de 20 a 40% en masa, y un revestimiento fotocromico formado sobre las superficies de dicha capa de resina reticulada.
- 10 2. Un producto fotocromico en forma de lámina según la reivindicación 1, en el que dicho material base es una lente.
- 15 3. Un método para producir un producto fotocromico, en forma de lámina, que comprende las etapas de:
- preparar una composición de imprimación curable, del tipo sin disolvente, que contiene partículas coloidales inorgánicas que tienen un grupo radicalmente polimerizable introducido sobre sus superficies, en una cantidad de 20 a 405 en masa, calculada como un óxido metálico inorgánico y que, además, contiene un monómero polifuncional radicalmente polimerizable;
 - formar un revestimiento de imprimación sobre las superficies de un material base de una resina termoplástica que tiene la propiedad de transmitir la luz, cuya resina termoplástica es un policarbonato, aplicando sobre ella dicha composición de imprimación curable;
 - 20 - semicurar dicho revestimiento de imprimación;
 - aplicar una composición fotocromica curable que contiene un compuesto fotocromico y un monómero radicalmente polimerizable sobre el revestimiento de imprimación en el estado de semicurado; y
 - 25 - formar un revestimiento fotocromico sobre las superficies del material base, a través de una capa de resina reticulada, curando completamente dicho revestimiento de imprimación en estado semicurado y polimerizar la composición fotocromica polimerizable.
- 30 4. Un método para producir un producto fotocromico en forma de lámina según la reivindicación 3, en el que las superficies del revestimiento de imprimación, en el estado de semicurado, está sometido a un tratamiento superficial para introducir grupos activos o al tratamiento de decapado físico antes de aplicar sobre ella la composición fotocromica polimerizable.
5. Un método para producir un producto fotocromico, en forma de lámina, según la reivindicación 3, en el que dicha imprimación curable contiene un oligómero de uretano en una cantidad del 5 al 60% en masa.